






Method for producing ester plasticizers

Patent number: DE19721347
Publication date: 1998-11-26
Inventor: GICK WILHELM DR (DE)
Applicant: CÉLANESE GMBH (DE)
Classification:
- international: C07C69/80; C07C67/08
- european: C07C67/08
Application number: DE19971021347 19970522
Priority number(s): DE19971021347 19970522

Also published as:

 WO9852901 (A3)
 WO9852901 (A2)
 EP0984917 (A3)
 EP0984917 (A2)
 US6310235 (B1)

more >>

Abstract of DE19721347

The invention relates to an improved method for producing ester plasticizers by reacting di- or polycarboxylic acids or their anhydrides with alcohols in the presence of metal catalysts.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

⑮ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ Patentschrift
⑩ DE 197 21 347 C 2

⑳ Aktenzeichen: 197 21 347.2-44
㉑ Anmeldetag: 22. 5. 1997
㉒ Offenlegungstag: 26. 11. 1998
㉓ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 23. 3. 2000

⑤ Int. Cl.⁷:
C 07 C 69/80
C 07 C 67/08
C 07 C 67/48
C 08 K 5/10

DE 197 21 347 C 2

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

㉔ Patentinhaber:
Celanese Chemicals Europe GmbH, 60439
Frankfurt, DE

㉕ Erfinder:
Gick, Wilhelm, Dr., 47199 Duisburg, DE

㉖ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:

DE-AS	26 12 355
DE-OS	19 45 359
GB	20 45 762 A
EP	04 24 767 A2
WO	97 11 048

㉗ Verfahren zur Herstellung von Esterweichmachern

㉘ Verfahren zur Herstellung von Esterweichmachern durch Umsetzung von Di- oder Polycarbonsäuren oder deren Anhydriden mit Alkoholen in Gegenwart eines Titan, Zirkonium oder Zinn enthaltenden Katalysators, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Mischung von Säure oder Säureanhydrid und Alkohol zunächst bei 100 bis 160°C unter Entfernung gegebenenfalls gebildeten Wassers miteinander reagieren läßt, die Reaktion unter Zusatz des Katalysators und durch Erhöhen der Temperatur bis auf 250°C zuende führt, das Reaktionsgemisch mit der zwei- bis verfachen Menge, die stöchiometrisch erforderlich ist, um die im Reaktionsgemisch vorhandenen H⁺-Ionen zu neutralisieren, einer wäßrigen Alkali- oder Erdalkalihydroxid-Lösung, die 5 bis 20 Gew.-% Hydroxid, bezogen auf die Lösung, enthält, umsetzt, darauf den überschüssigen Alkohol abtrennt, den zurückbleibenden Rohester trocknet und filtriert.

DE 197 21 347 C 2

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Esterweichmachern aus Di- oder Polycarbonsäuren oder deren Anhydride und Alkoholen durch Umsetzung der Ausgangsverbindungen in Gegenwart von Metallkatalysatoren.

Weichmacher finden in großem Umfang und in vielfältiger Weise Anwendung in Kunststoffen, Beschichtungsmitteln, Dichtungsmassen, Kautschuk- und Gummiartikeln. Sie treten mit hochpolymeren thermoplastischen Stoffen, ohne chemisch zu reagieren, vorzugsweise durch ihr Löse- und Quellvermögen in physikalische Wechselwirkung. Hierdurch bildet sich ein homogenes System aus, dessen thermoplastischer Bereich gegenüber dem ursprünglichen Polymeren zu niedrigeren Temperaturen verschoben ist mit dem Ergebnis, daß z. B. Formveränderungsvermögen und Elastizität erhöht werden und die Härte verringert wird.

Um Weichmachern möglichst weite Anwendungsgebiete zu eröffnen, müssen sie einer Anzahl Anforderungen genügen. Im Idealfall sollten sie geruchlos, farblos, licht-, kälte- und wärmebeständig sein. Überdies erwartet man, daß sie beständig gegen Wasser, schwer brennbar und wenig flüchtig sind und die Gesundheit nicht schädigen. Weiterhin soll die Herstellung der Weichmacher einfach sein und, um ökologischen Ansprüchen zu genügen, unter Vermeidung von Abfallstoffen, wie nicht weiter verwertbaren Nebenprodukten und Schadstoffe enthaltenden Abwässern, erfolgen.

Zu den wichtigsten Weichmachern gehören die Ester von Di- und Polycarbonsäuren mit Weichmacheralkoholen, d. h. unverzweigten oder verzweigten primären Alkoholen mit etwa 6 bis 13 Kohlenstoffatomen, die als individuelle Verbindungen oder auch als Gemisch eingesetzt werden. Die Herstellung der Ester erfolgte nach dem klassischen Verfahren durch Umsetzung der Säuren oder Säureanhydride mit einem Alkohol oder einem Gemisch unterschiedlicher Alkohole in Gegenwart einer Säure, vorzugsweise Schwefelsäure als Katalysator. Üblicherweise wird die Alkoholkomponente im Überschuß eingesetzt. Beeinträchtigungen von Farbe und Geruch des Reaktionsproduktes suchte man durch gezielte Auswahl der als Katalysator verwendeten Säure, durch milde Reaktionsbedingungen und durch aufwendige Reinigungsmaßnahmen zu begegnen.

Eine Weiterentwicklung erfuhr die Herstellung von als Weichmacher geeigneten Estern durch den Einsatz metallhaltiger Veresterungskatalysatoren. Geeignet sind z. B. Zinn, Titan, Zirkonium, die als feinverteilte Metalle oder zweckmäßig in Form ihrer Salze, Oxide oder löslichen organischen Verbindungen verwendet werden. Diese Katalysatoren sind Hochtemperaturkatalysatoren, sie erreichen ihre volle Aktivität erst bei Veresterungstemperaturen oberhalb 180°C. Beispielhafte Vertreter sind Zinnpulver, Zinn(II)-oxid, Zinn(II)-oxalat, Titansäureester wie Tetraisopropylorthotitanat oder Tetrabutylorthotitanat sowie Zirkoniumester wie Tetrabutylzirconat. Besondere Bedeutung haben in technischen Produktionsprozessen Alkyltitanate und Titanchelate, d. h. Titanate von Polyalkoholen, gefunden. Eine derartige Arbeitsweise ist z. B. Gegenstand der US-Patentschrift 5,434,294 und auch in der DE 19 45 359 beschrieben.

Nach EP 0 424 767 A2 wird Phthalsäureanhydrid mit Isodecanol in Gegenwart von Tetrabutyltitanat in einer Stufe verestert. Anschließend wird das Reaktionsgemisch zur Hydrolyse des Katalysators mit Sodalösung behandelt. Aus WO 97/11048 ist die Herstellung gemischter Ester bekannt, wobei in der ersten Reaktionsstufe ein Alkohol R¹OH und in der zweiten Reaktionsstufe ein Alkohol R²OH der Säure bzw. dem Säureanhydrid zugesetzt wird. Die Aufarbeitung des Veresterungsproduktes erfolgt durch Zugabe einer Na-

triumbicarbonat-Lösung.

In DE-OS 19 45 359 wird ein Verfahren zur Aufarbeitung von rohen Weichmachern beschrieben, die, nach einer nicht näher geschilderten Arbeitsweise, durch Veresterung von aliphatischen oder aromatischen Dicarbonsäuren oder deren Anhydriden mit Alkoholen in Gegenwart von zinnorganischen, titanorganischen oder zirkonorganischen Verbindungen oder von Gemischen oder Verbindungen aus Metallverbindungen amphoterer Charakter und alkalischen Stoffen als Katalysator, erhalten wurden. Der Rohweichmacher wird mit, ganz allgemein, alkalischen Stoffen neutralisiert. Darauf entfernt man die freien Alkohole und rührt den Rückstand mit Wasser bei Temperaturen, die unter der Siedetemperatur des Wassers bei dem jeweiligen Druck liegen.

GB 20 45 762 A betrifft die Reinigung eines Esters, der durch Umsetzung einer organischen Carbonsäure oder ihres Anhydrids mit einem Alkohol in Gegenwart einer metallorganischen Verbindung als Katalysator erhalten wurde. Zu diesem Zweck erhitzt man das Veresterungsgemisch zunächst mit Wasser, vorzugsweise mindestens 30 min. behandelt darauf mit einer basischen Substanz und reinigt das Produkt in an sich bekannter Weise.

Gegenstand von DE-AS 26 12 355 ist ein Verfahren zur Abtrennung von Katalysatoren aus rohen Weichmachern, die durch Veresterung von Phthalsäureanhydrid oder Adipinsäure mit C₆- bis C₁₃-Alkoholen unter Verwendung von Veresterungskatalysatoren der Zinn-, Titan- oder Zirkon-Reihe erhalten wurden. Die Abtrennung der Katalysatoren erfolgt durch Vermischen des neutralen oder schwach sauren Rohesters mit der wäßrigen Lösung eines Hydroxides, Carbonates oder Dicarbonates des Ammoniums, Natriums oder Kaliums. Im Mittelpunkt dieses Prozesses steht die Ausbildung einer Emulsion, in der die Tropfen der organischen Phase eine bestimmte Größe aufweisen. Die Behandlung des Rohesters mit der wäßrigen Lösung alkalischer Verbindungen geht über eine bloße Neutralisation weit hinaus und wird daher auch bei neutralen Einsatzstoffen angewandt.

Auch die modernen Verfahren zur Herstellung von Esterweichmachern genügen noch nicht in jeder Beziehung den oben näher beschriebenen Forderungen an den Produktionsprozeß und an das Reaktionsprodukt. Es bestand daher die Aufgabe, die bekannten Verfahren zu verbessern und durch Abstimmung und Vereinfachung der aufeinanderfolgenden Teilschritte des gesamten Prozesses das Verfahren zu optimieren und überdies die Qualität des Reaktionsproduktes zu steigern, so daß es möglichst vielseitig angewendet werden kann.

Die Erfindung besteht in einem Verfahren zur Herstellung von Esterweichmachern durch Umsetzung von Di- oder Polycarbonsäuren oder deren Anhydriden mit Alkoholen in Gegenwart eines Titan, Zirkonium oder Zinn enthaltenden Katalysators. Es ist dadurch gekennzeichnet, daß man eine Mischung von Säure oder Säureanhydrid und Alkohol zunächst bei 100 bis 160°C unter Entfernung gegebenenfalls gebildeten Wassers miteinander reagieren läßt, die Reaktion unter Zusatz des Katalysators und durch Erhöhen der Temperatur bis auf 250°C zuende führt, das Reaktionsgemisch mit der zwei- bis vierfachen Menge, die stöchiometrisch erforderlich ist, um die im Reaktionsgemisch vorhandenen H⁺-Ionen zu neutralisieren, einer wäßrigen Alkali- oder Erdalkalihydroxid-Lösung, die 5 bis 20 Gew.-% Hydroxid, bezogen auf die Lösung, enthält, umsetzt, darauf den überschüssigen Alkohol abtrennt, den zurückbleibenden Rohester trocknet und filtriert.

Das neue Verfahren zeichnet sich durch große Zuverlässigkeit bei der Realisierung in technischen Anlagen aus. Es ist, auch kontinuierlich, leicht durchzuführen und liefert

Weichmacher hoher Reinheit. Besonders bemerkenswert ist die problemlose und vollständige Abtrennung des bei der Umsetzung als Nebenprodukt entstehenden Halbesters, des im Reaktionsgemisch enthaltenen Katalysators und der zur Neutralisation verwendeten Reagenzien. Die restlose Entfernung dieser Nebenprodukte und Hilfsstoffe resultiert u. a. in den ausgezeichneten Farbeigenschaften wie der bemerkenswerten Farbstabilität der Verfahrensprodukte. Hervorzuheben ist weiterhin ihre äußerst geringe Leitfähigkeit, die ihnen breite Anwendung für Kunststoffe auf dem Gebiet der Kabelisolierung eröffnen.

Als Ausgangsstoffe für das erfindungsgemäße Verfahren geeignete Säuren sind aliphatische und aromatische Di- und Polycarbonsäuren. Die aliphatischen Carbonsäuren können gesättigt oder ungesättigt sein und enthalten mindestens vier Kohlenstoffatome. Beispiele für derartige Verbindungen sind Bernsteinsäure, Glutarsäure, Adipinsäure, Korksäure, Azelainsäure, Maleinsäure und Fumarsäure. Unter den aromatischen Carbonsäuren sind insbesondere Phthalsäure und Trimellitsäure zu nennen. Die Säuren können sowohl in reiner Form als auch in Form von Gemischen eingesetzt werden. Statt der Säuren können mit Erfolg auch deren Anhydride Anwendung finden.

Als Alkohole verwendet man insbesondere gerad- oder verzweigt-kettige gesättigte aliphatische Verbindungen mit mehr als 6 Kohlenstoffatomen im Molekül. Sie enthalten zu- meist eine primäre Hydroxylgruppe, jedoch sind auch sekundäre Alkohole als Reaktionspartner der Säuren nicht ausgeschlossen. Beispiele für Vertreter dieser Verbindungs- klasse sind n-Octanol-(1), n-Octanol-(2), 2-Ethylhexanol-(1), n-Nonylalkohol, Decylalkohol und die sogenannten Oxoalkohole, d. h. Gemische gerad- und verzweigt-kettiger Alkohole entsprechender Molekülgröße, die durch Oxore- aktion aus Olefinen und anschließende Hydrierung erhalten werden. Auch die Alkohole können als reine Verbindungen oder als Gemische strukturisomerer Verbindungen oder Ver- bindungen unterschiedlicher Molekülgröße angewandt wer- den.

Besonders bewährt hat sich die neue Arbeitsweise für die Herstellung von Estern der Phthalsäure mit C₈- bis C₁₂-emp- fiehlt es sich, den Reaktorinhalt zumindest von Zeit zu Zeit durchzumischen, um Konzentrationsunterschiede auszu- gleichen und die Entfernung des Reaktionswassers zu be- schleunigen.

Nach Beendigung der Reaktion enthält das Reaktionsge- misch neben dem erwünschten Reaktionsprodukt, dem Di- oder Polyester, insbesondere noch teilweise veresterte Di- oder Polycarbonsäuren, überschüssigen Alkohol und den Katalysator.

Zur Aufarbeitung des rohen Esterweichmachers wird der Reaktorausstrag zunächst mit Alkali- oder Erdalkalihydroxid neutralisiert. Das alkalische Reagenz gelangt dabei als wäß- rige Lösung zur Anwendung, die 5 bis 20, vorzugsweise 10 bis 15 Gew.-% des Hydroxids, bezogen auf die Lösung, ent- hält. Die Menge des zuzusetzenden Neutralisationsmittels richtet sich nach dem Anteil saurer Komponenten, freie Säure und Halbester im Rohprodukt. Dieser Anteil wird in Form der Säurezahl (nach DIN 53169) bestimmt. Erfindungsgemäß setzt man das alkalische Reagenz in einem Überschuß zu, der der zwei- bis vierfachen Menge ent- spricht, die stöchiometrisch erforderlich ist, um die vorhan- denen H⁺-Ionen zu neutralisieren. Die Verwendung der aus- gewählten Hydroxide, unter denen sich Natriumhydroxid besonders bewährt hat, als wäßrige Lösung bestimmter Konzentration und in definiertem Überschuß stellt sicher, daß die aciden Bestandteile des Reaktionsgemischs in kri- stalliner, ausgezeichnet filterbarer Form abgeschieden werden. Gleichzeitig wird der Katalysator weitgehend, zu

ebenfalls leicht filterbaren Produkten, zersetzt. Die alkali- sche Behandlung des Rohesters ist an die Einhaltung be- stimmter Temperaturen nicht gebunden. Sie erfolgt zweck- mäßig unmittelbar im Anschluß an Alkoholen und unter ih- nen insbesondere für die Herstellung von Di(2-ethylhexyl)- phthalat.

Als Veresterungskatalysatoren werden nach dem neuen Verfahren Titan, Zirconium oder Zinn als Metalle in feinver- teilter Form oder, bevorzugt, als Verbindungen eingesetzt. Geeignete Verbindungen sind Zinn(II)-oxid, Zinn(II)-oxa- lat, Phenolate, Acylate und Chelate des Titans und des Zir- coniums sowie Ester des Titans und des Zirconiums wie Tetra(isopropyl)orthotitanat, Tetraäthylorthotitanat und Tetra- butylzirconat. Die Menge des eingesetzten Katalysators kann sich über einen weiten Bereich erstrecken. Es können sowohl 0,01 Gew.-% als auch mehr als 5 Gew.-% Katalysa- tor, bezogen auf das Reaktionsgemisch, verwendet werden. Da größere Katalysatormengen jedoch kaum Vorteile erge- ben, beträgt die Katalysatorkonzentration üblicherweise 0,01 bis 1,0, vorzugsweise 0,01 bis 0,5 Gew.-%, jeweils be- zogen auf das Reaktionsgemisch.

Obgleich die Veresterung mit stöchiometrischen Mengen Alkohol und Säure vorgenommen werden kann, insbeson- dere wenn Schleppmittel zur Entfernung des Reaktionswas- sers verwendet werden, bevorzugt man die Anwendung ei- nes stöchiometrischen Überschusses des Alkohols von 0,05 bis 0,6 mol je mol Di- bzw. Polycarbonsäure oder Säurean- hydrid, um eine möglichst vollständige Umsetzung der Säure zu erreichen.

Erfindungsgemäß führt man die Veresterung in zwei Stu- fen durch. In der ersten Stufe erfolgt, ohne Zusatz eines Ka- talysators, die Bildung des Halbesters der Dicarbonsäure. Die dabei einzuhaltenen Temperaturen hängen weitgehend von den Einsatzstoffen ab. Befriedigende Reaktionsge- schwindigkeiten werden etwa ab 100°C und vorzugsweise ab 120°C erreicht. Es ist möglich, die Halbesterbildung bei diesen Temperaturen zuendezuführen. Vorteilhafter ist es aber, die Temperatur kontinuierlich bis auf etwa 160°C zu steigern. Bei Verwendung von Carbonsäuren (statt Carbon- säureanhydriden) als Veresterungskomponente wird das ent- standene Wasser als Azeotrop mit dem Alkohol aus dem Re- aktionssystem ausgetragen, sofern die Reaktionstemperatur oberhalb des Siedepunktes des Azeotrops (d. h. in einem Bereich von 90 bis 100°C unter Normaldruck) liegt. Verlauf und Beendigung der Veresterung kann in diesem Fall über die Bildung des Wassers beobachtet werden. Die Anwen- dung von vermindertem oder erhöhtem Druck ist nicht aus- geschlossen, wird sich jedoch auf Sonderfälle beschränken. Um das Auftreten von Konzentrationsunterschieden zu un- terbinden, empfiehlt es sich, den Reaktorinhalt zu rühren oder zeitweise durchzumischen, z. B. mittels Durchleiten ei- nes Inertgases.

In der zweiten Stufe wird die Veresterung der Di- oder Polycarbonsäuren vollendet. Sie erfolgt in Gegenwart der vorstehend beschriebenen Katalysatoren bei Temperaturen, die oberhalb der in der ersten Stufe eingehaltenen liegen und bis 250°C reichen. Bei dieser Temperatur handelt es sich um einen Richtwert, der zweckmäßig eingehalten wird. Niedri- gere Temperaturen können z. B. ausreichen, wenn im spe- ziellen Fall eine genügend hohe Reaktionsgeschwindigkeit erzielt wird oder nur Teilumsätze angestrebt werden. Höhere Temperaturen könnten eingehalten werden, wenn das Auf- treten von Zersetzungsprodukten, die u. a. farbschädigend wirken, auszuschließen ist. Vorteilhaft arbeitet man bei der Siedetemperatur des eingesetzten Alkohols. Die Umsetzung kann in einem eigenen Reaktor oder auch im Reaktionsge- fäß der ersten Stufe durchgeführt werden. Während der Re- aktion entstandenes Wasser wird als Azeotrop entfernt, wo-

bei der Alkohol die Rolle des Schleppmittels übernimmt. Auch in dieser Reaktionsstufe den Veresterungsschritt ohne vorherige Abkühlung des Reaktionsgemisches.

Der Alkali- bzw. Erdalkaliüberschuß, es handelt sich hierbei, bezogen auf das Reaktionsprodukt, nur um geringfügige Mengen, reagiert mit dem Ester zu carbonsaurem Salz, das kristallin anfällt und ohne Schwierigkeiten abfiltriert werden kann.

Im Anschluß an die Neutralisation wird der freie Alkohol aus dem Reaktionsgemisch abgetrennt. Bewährt hat sich für diesen Arbeitsschritt die Wasserdampfdestillation, die in einfacher Form durch Einleiten von Wasserdampf in das Rohprodukt erfolgen kann. Ein Vorteil der Wasserdampfdestillation ist, daß in ihrem Verlauf auch noch letzte Katalysatorreste zerstört und in bequeme filtrierbare Hydrolyseprodukte umgewandelt werden. In diesem Zusammenhang kann es vorteilhaft sein, dem Reaktionsgemisch vor der Destillation ein großflächiges Adsorbens, z. B. Aktivkohle, zuzusetzen, um die Abscheidung der Katalysatorfolgeprodukte zu erleichtern.

An die Entfernung des freien Alkohols schließt sich die Trocknung des Esters an. In einer besonders einfachen und wirksamen Ausführungsform dieses Arbeitsschritts leitet man hierzu ein inertes Gas durch das Produkt. Darauf wird der Rohester filtriert, um ihn von den Feststoffen, den Salzen von (gegebenenfalls teilweise veresterten) Carbonsäuren, Hydrolyseprodukten des Katalysators und dem Adsorbens, zu befreien. Die Filtration erfolgt in konventionellen Filterapparaten bei normaler Temperatur oder bei Temperaturen bis zu 150°C. Die Filtration kann durch gängige Filterhilfsmittel wie Cellulose, Kieselgel, Kieselgur, Holzmehl, unterstützt werden. Ihr Einsatz ist jedoch auf Ausnahmefälle beschränkt.

Das erfindungsgemäße Verfahren senkt die Zeit zur Abtrennung der im Rohester enthaltenen Feststoffe drastisch auf Werte, die seine wirtschaftliche Durchführung im technischen Maßstab sicherstellen und vermeidet die Bildung nach Menge und Zusammensetzung ökologisch bedenklicher Abwässer.

Die nach dem beanspruchten Prozeß erhaltenen Ester weisen eine hervorragende Qualität auf, die auch hohen Ansprüchen in jeder Hinsicht genügt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Esterweichmachern durch Umsetzung von Di- oder Polycarbonsäuren oder deren Anhydriden mit Alkoholen in Gegenwart eines Titan, Zirkonium oder Zinn enthaltenden Katalysators, **dadurch gekennzeichnet**, daß man eine Mischung von Säure oder Säureanhydrid und Alkohol zunächst bei 100 bis 160°C unter Entfernung gegebenenfalls gebildeten Wassers miteinander reagieren läßt, die Reaktion unter Zusatz des Katalysators und durch Erhöhen der Temperatur bis auf 250°C zuende führt, das Reaktionsgemisch mit der zwei- bis vervielfachten Menge, die stöchiometrisch erforderlich ist, um die im Reaktionsgemisch vorhandenen H⁺-Ionen zu neutralisieren, einer wäßrigen Alkali- oder Erdalkalihydroxid-Lösung, die 5 bis 20 Gew.-% Hydroxid, bezogen auf die Lösung, enthält, umsetzt, darauf den überschüssigen Alkohol abtrennt, den zurückbleibenden Rohester trocknet und filtriert.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Katalysator Tetra(isopropyl)orthotitanat, Tetrabutylorthotitanat oder Tetrabutylzirconat ist.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man den Alkohol in einem stöchiometri-

schen Überschuß von 0,05 bis 0,6 mol je mol Di- bzw. Polycarbonsäure einsetzt.

4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß während der Umsetzung entstehendes Reaktionswasser als Azeotrop mit dem verwendeten Alkohol aus dem Reaktionsgemisch entfernt wird.

5. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man die Umsetzung bei der Siedetemperatur des verwendeten Alkohols zuende führt.

6. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die zur Neutralisation des Reaktionsgemisches angewandte Alkali- oder Erdalkalihydroxid-Lösung 10 bis 15 Gew.-% Hydroxid, bezogen auf die Lösung, enthält.

7. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß überschüssiger Alkohol aus dem Reaktionsgemisch durch Wasserdampfdestillation gegebenenfalls in Gegenwart eines Adsorbens abgetrennt wird.

8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß als Ausgangsstoffe Phthalsäure und 2-Ethylhexanol miteinander umgesetzt werden.